

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 101 56 336.1

Anmeldetag: 16. November 2001

Anmelder/Inhaber: ALD Vacuum Technologies GmbH,
Hanau/DE; GfE Metalle und Materialien
GmbH, Nürnberg/DE; GKSS-Forschungs-
zentrum Geesthacht GmbH, Geesthacht/DE.

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Legierungs-
Ingots

IPC: C 22 B, C 22 C

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 07. November 2002
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Hoß

A B I T Z
European Patent Attorneys
European Trademark Attorneys
Patentanwälte

Abitz & Partner
Patentanwälte
European Patent and
Trademark Attorneys
Registergericht
München PR 18

Postanschrift/Postal Address
Postfach 86 01 09
D-81628 München

16. November 2001
34022-de

ALD Vacuum Technologies GmbH
Wilhelm-Rohn-Str. 35, D-63450 Hanau

GfE Metalle und Materialien GmbH
Höfener Str. 45, D-90431 Nürnberg

GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH
Max-Planck-Straße, D-21502 Geesthacht

Verfahren zur Herstellung von Legierungs-Ingots

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein neues schmelzmetallurgisches
Verfahren zur kostengünstigen Herstellung von Blöcken aus
metallischen oder intermetallischen Legierungen (Ingots) mit
hoher chemischer und struktureller Homogenität, insbesondere

5 Ingots aus γ -TiAl.

Die intermetallischen Legierungen auf γ -TiAl-Basis haben im
Jahr 2000 aufgrund ihrer in Kombination einzigartigen Mate-
rialeigenschaften mit Anwendungen in den Bereichen Luft- und
10 Raumfahrt sowie dem Automobilrennsport den Sprung vom Entwick-
lungslabor in die industrielle Anwendung vollzogen. Die vor-
teilhaften Hochtemperatureigenschaften in Kombination mit
einem geringen Gewicht ermöglichen deren Einsatz in der Luft-
und Raumfahrt. Die hohe Temperatur- und Korrosionsbeständig-

keit macht den Werkstoff für schnell bewegliche Bauteile in Maschinen, z.B. für Ventile in Verbrennungsmotoren oder für Schaufeln in Gasturbinen, interessant. Die Eigenschaften dieses Werkstoffs hängen dabei in einem bisher bei Strukturwerkstoffen nicht bekanntem Maße von der chemischen und strukturellen Homogenität ab. Demzufolge ist die Herstellung von entsprechend hochqualitativen Ingots technisch sehr anspruchsvoll und teuer. Homogene Ingots werden für verschiedene Prozeßrouten zur Herstellung weiterer Halbzeuge oder Bauteile aus TiAl als Ausgangsmaterial benötigt (vgl. H. Clemens und H. Kestler (2000), Advanced Engineering Materials 9, 551; Y.-W. Kim (1994), JOM 46 (7), 30 sowie P. A. Bartolotta und D. L. Krause (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 3-10).

Die gegenwärtig verwendeten technischen Legierungen auf γ -TiAl-Basis sind mehrphasig aufgebaut und enthalten neben dem geordneten tetragonalen γ -TiAl als Hauptphase das geordnete hexagonale α_2 -Ti₃Al, typischerweise mit einem Anteil von 5-15 Vol.-%. Refraktärmetalle als Legierungselemente können zur Ausbildung einer metastabilen krz-Phase führen, die entweder als β -Phase (ungeordnet) bzw. als B2-Phase (geordnet) auftritt. Diese Legierungszusätze verbessern die Oxidationsbeständigkeit und Kriechfestigkeit. Si, B und C dienen in geringen Mengen zur Kornfeinung des Gußgefüges (vgl. B. Inkson und H. Clemens (1999), MRS Symp. Proc. 552, KK3.12; S. Huang, Hall E. Shuh D. (1991), ISIJ International 31 (10), 1100 und Y.-W. Kim und D. M. Dimiduk (1991), JOM 8, 40). Entsprechende C-Gehalte können zu Ausscheidungshärtungen führen (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk und M. H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230). Die Legierungselemente Cr, Mn und V erhöhen die Raumtemperaturduktilität des ansonsten sehr spröden TiAl. Die Legierungsentwicklung hat je nach Anwendungsprofil zu einer Reihe unterschiedlicher Legierungsvarianten geführt, die weiter unten noch ausführlicher beschrieben werden.

TiAl-Legierungen werden üblicherweise durch mehrfaches Umschmelzen in einem Vakuum-Lichtbogenofen (s. Figur 1) als Ingots hergestellt (VAR - Vacuum Arc Remelting). Dabei wird eine gepreßte Elektrode, die alle Legierungsbestandteile (Ti-Schwamm, Al-Granalien, Vorlegierungsgranalien) enthält, unter Vergrößerung des Durchmessers abgeschmolzen. Eine grundsätzliche Problematik ergibt sich durch auftretende Inhomogenitäten in der Legierungszusammensetzung von γ -TiAl Ingots. Ein Vergleich des Al-Gehalts in zweifach und dreifach umgeschmolzenen γ -TiAl-Ingots zeigt, daß noch in zweifach umgeschmolzenen γ -TiAl-Ingots lokale Schwankungen des Al-Gehaltes von ± 2 at.-% beobachtet werden (s. Figur 2). Zur Einstellung einer ausreichenden Legierungshomogenität ist ein dreifaches Umschmelzen in der VAR-Anlage notwendig (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk und M. H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230; V. Güther, Properties, processing and applications of gamma-based TiAl, Proc. 9th Ti World Conference, 08.-11.06.1999, Saint Petersburg und V. Güther, H. Kestler, H. Clemens und R. Gerling, Recent Improvements in γ -TiAl Ingot Metallurgy, Proc. of the Aeromat 2000 Conference and Exhibition, (Seattle, WA, June 2000).

Im Gegensatz zu Titanlegierungen (Ingot-Durchmesser bis ca. 1,5 m) sind die verarbeitbaren Durchmesser bei γ -TiAl aufgrund der limitierten Umformbarkeit auf deutlich kleinere Werte begrenzt. Gegenwärtig werden vom Markt sogar hauptsächlich Ingots mit lediglich ca. 200 mm Durchmesser angefragt.

Pro Schmelze findet unter Anwendung der VAR-Technik eine Durchmesserervergrößerung von ca. 40 mm statt. Das bedeutet für einen Enddurchmesser von ca. 200 mm, daß von Preßelektroden mit maximal ca. 60 mm Durchmesser ausgegangen werden muß, deren Porosität bei ca. 40 % liegt. Der kleine Durchmesser limitiert die Festigkeit der Preßelektrode und damit die mögliche einsetzbare Länge auf ca. 1,5 m (entspricht einer Gesamtmasse von ca. 18 kg). Je kleiner die Durchmesser der

ersten Preßelektrode sind, um so höher sind die Herstellungskosten, da pro Schmelzzyklus weniger Material erschmolzen werden kann. Für einen dreifach geschmolzenen VAR-Ingot mit einem Durchmesser von 180 mm und einer Länge von 1000 mm sind

5 - entsprechend einer industriellen Ausgestaltung gemäß dem Stand der Technik - insgesamt 10 Einzelschmelzen erforderlich (6 Erstschmelzen, 3 Zweitschmelzen, 1 Drittschmelze), die einen hohen Kostenaufwand verursachen. Der Materialverlust (Lunker, etc.) pro Ingot beträgt derzeit 35 %. Zudem bietet

10 das herkömmliche Herstellungsverfahren keine Flexibilität in der Wahl des Ingot-Durchmessers.

Die alternative Herstellungsrouten über das Erschmelzen von Ingots im Kaltwand-Plasma-Ofen hat bislang zu unzureichender Legierungshomogenität geführt, was auf die Grenzen des Verfahrens zurückgeführt werden kann (vgl. M. Loretto, Titanium 95, Science and Technologies und M. Volas, Industrial initiatives in wrought orthorhombic and gamma TiAl mill products; Proc. of the Aeromat 2000 Conference and Exhibition,

20 (Seattle, WA, June 2000). Darüber hinaus ist die Herstellung von γ -TiAl-Basislegierungen mittels Kokillenguß aus einem Kaltwand-Induktions- bzw. Plasmaofen oder mittels Inertgas-Verdüsung aus einem Kaltwandtiegel zu γ -TiAl-Pulver und pulvermetallurgischer Weiterverarbeitung technisch realisiert. Diese Alternativen führten bislang zu einer unzu-

25 reichenden Mikrostruktur (Porosität beim Kokillenguß) bzw. zu hohen Kosten (Pulvermetallurgie).

Stellvertretend für den Stand der VAR-Technik wird auf die US-Patentschriften 5 846 351, 5 823 243, 5 746 846 und 5 492 574 verwiesen.

30

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur reproduzierbaren Herstellung von γ -TiAl-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität zur Verfügung zu stellen, welches einfacher und kostengünstiger durchgeführt werden kann als das oben beschriebene VAR-Verfahren, bei welchem zahlreiche Schmelzschritte notwendig sind, um die ge-

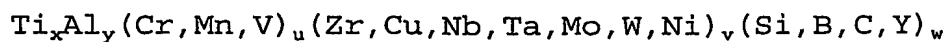
35

wünschte hohe Homogenität und geringe Porosität zu erreichen. Darüber hinaus soll das Verfahren die Möglichkeit bieten, die Durchmesser der Legierungs-Ingots unter Umgehung der oben beschriebenen Beschränkungen des VAR-Verfahrens beliebig einzustellen.

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein in Figur 3 dargestelltes Verfahren zur Herstellung von metallischen oder intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität und mit beliebig einstellbaren Durchmessern, welches durch die folgenden Stufen gekennzeichnet ist:

- (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
- (ii) mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
- (iii) induktives Abschmelzen der in Stufe (i) oder (ii) erhaltenen Elektroden in einer Hochfrequenz-Spule,
- (iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwandinduktionstiegel, und
- (v) Abziehen der Schmelze unter Kühlung aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von Blöcken mit frei einstellbarem Durchmesser.

Das Verfahren wird vorzugsweise zur Herstellung von intermetallischen Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis verwendet, wobei sich die Legierungen allgemein durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:



wobei die Konzentrationen der Legierungsbestandteile innerhalb folgender Grenzen liegen (angegeben in at.-%):

$x = 100 - y - u - v - w$

$y = 44 \text{ bis } 48$

$u = 0,5 \text{ bis } 5$

$v = 0,1 \text{ bis } 10 \text{ und}$

5 $w = 0,05 \text{ bis } 1.$

Das induktive Abschmelzen der Elektroden in Stufe (iii) erfolgt in einem Hochfrequenzfeld mit einer Frequenz von vorzugsweise 70 bis 200 kHz und vorzugsweise bei Temperaturen von
10 1400°C bis 1700°C. Um ein gleichmäßiges Abtropfen zu erzielen, wird die Elektrode rotiert, wobei eine Geschwindigkeit von 4 UpM bevorzugt wird. Die Absenkgeschwindigkeit der Elektrode ist von 0 bis 200 mm/min kontinuierlich variierbar.

Das Verfahren wird vorzugsweise quasi-kontinuierlich durchgeführt, indem eine oder mehrere Elektroden kontinuierlich nachgeführt werden.

Die Homogenisierung der Schmelze im Kaltwandinduktionstiegel
20 in Stufe (iv) erfolgt vorzugsweise bei einer Überhitzung von 10 bis 100 K, vorzugsweise von 40 bis 60 K. Dies entspricht Temperaturen von 1450°C bis 1750°C je nach Legierungszusammensetzung. Der Frequenzbereich der Spule liegt bei 4 bis 12 kHz.

25 Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Cu-Segmenten, und die Durchmesser der Blöcke liegen vorzugsweise in einem Bereich von 100 bis 350 mm, insbesondere 140 bis 220 mm. Die Abzugsgeschwindigkeiten sind zwischen 5 bis 10 mm/min ein-
30 stellbar. Dabei muß die Abzugsrate auf die Abtropfrate (Stufe iii) abgestimmt sein. Diese kann bei ca. 50 kg/h liegen.

Durch das vorliegende erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, neue intermetallische Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis
35 herzustellen, die sich durch eine neue Kombination von Dimensionsabmessungen einerseits und Homogenität andererseits auszeichnen. Die Erfindung betrifft daher auch intermetallische

Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis, die gekennzeichnet sind durch

- (a) ein Verhältnis von Länge zu Durchmesser von >12 ,
- (b) eine Homogenität, bezogen auf lokale Schwankungen des Aluminiums und Titans von $< \pm 0,5$ at.-%; weitere metallische Legierungsbestandteile: $\pm 0,2$ at.-% ; Kornfeinungselemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium) $\pm 0,05$ at.-%.

In den Zeichnungen zeigen

Fig. 1 den VAR-Prozeß für mehrfach umgeschmolzene γ -TiAl-Ingots: (1) Elektrodenvorschub, (2) Ofenkammer, (3) luftgekühlte Stromversorgung, (4) Sammelschiene für Kabel, (5) Elektrodenführung, (6) Tiegel mit Wassermantel, (7) Teil der Vakuumeinrichtung, (8) XY-Anpassung, (9) Druckmeßdose,

Fig. 2 Abweichungen des Al-Gehaltes in Längsrichtung des Ingots nach zweifachem (schwarze Symbole) und dreifachem (graue Symbole) VAR-Umschmelzvorgang, und

Fig. 3 das erfindungsgemäße Verfahren zur Fertigung chemisch homogener γ -TiAl-Blöcke mit variablen Durchmessern: (1) rotierende Elektrode, (2) induktive HF-Spule, (3) Kaltwandinduktionstiegel und (4) Kühlvorrichtung und Blockabzug.

Das erfindungsgemäße Verfahren beinhaltet die Kombination von induktivem Elektrodenabschmelzen in einen Kaltwandinduktionstiegel (KIT) und einem Blockabzug aus dem KIT. Bei dem ersten Schritt, dem induktiven Abschmelzen sollen einmal VAR-geschmolzene (siehe Stand der Technik) Stäbe, die über eine geringe chemische Homogenität und eine gewisse Porosität verfügen, mit Hilfe einer HF-Spule induktiv abgeschmolzen werden. Dabei wird die Elektrodenoberfläche in dem Bereich, in dem sie

in die Induktionsspule eintaucht, flüssig und tropft in den darunter positionierten Kaltwandinduktionstiegel ab. Durch das Abtropfen der Schmelze wird neue Oberfläche frei, die dann ebenfalls verflüssigt wird und abtropft. Dadurch verzehrt sich das untere Ende der Elektrode, und bei Nachführung der Elektrode kann so die gesamte Elektrode umgeschmolzen werden. Die Ausgangselektrode ist chemisch inhomogen. Beim Verflüssigen der Oberfläche und dem nachfolgenden Abtropfen findet bereits eine gewisse Homogenisierung statt. Im zweiten Schritt wird im KIT in einem größeren konstant schmelzflüssigen Volumen durch die Rührwirkung des elektromagnetischen Feldes die Homogenität weiter verbessert. Die vorzugsweise quasi-kontinuierliche Speisung des KIT's mit Schmelzgut wird durch das angeschlossene Elektrodenmagazin ermöglicht, das mehrere Elektroden gleichzeitig aufnehmen kann, die dann nacheinander abgeschmolzen werden. Durch den Blockabzug aus dem KIT soll ein möglichst homogener weitestgehend porenfreier Ingot hergestellt werden. Bei diesem Verfahren ist der Durchmesser des KIT in großen Bereichen frei wählbar, so daß damit eine freie Wahl für den Ingot-Durchmesser besteht.

Die der vorliegenden Erfindung zugrunde liegende schmelzmetallurgische Technologie zur Herstellung von TiAl-Legierungshalbzeugen gibt es bislang noch nicht. Teilschritte dieser Technologie, wie das induktive Elektrodenabschmelzen und das Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel, sowie der Blockabzug aus keramischen Induktionstiegeln sind jedoch schon mit anderen Randbedingungen und Materialien zum Einsatz gekommen.

30

Das induktive Schmelzen von Metallen ist beispielsweise in den US-Patentschriften 4 923 508, 5 003 551 und 5 014 769 beschrieben. Darüber hinaus ist das induktive Abschmelzen von Elektroden auch im Zusammenhang mit der Herstellung von Titanlegierungspulver durch das sogenannte EIGA (Electrode Induction Melting Gas Atomization)-Verfahren beschrieben worden (vgl. DE-A-41 02 101). Bei diesem Verfahren taucht eine Legierungselektrode in eine gegen Überschlüge mit Keramik isolierte

35

HF-Spule. Die Elektrode wird durch einen Oberflächenschmelz-
prozeß komplett aufgeschmolzen und die Tropfen fallen in eine
Gasdüse, in der die Tropfen zerstäubt werden. Dieses Verfahren
dient ausschließlich zur Pulverherstellung und nicht zur Her-
5 stellung von Ingots.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wurde überraschenderweise
festgestellt, daß es beim Aufschmelzen des zur Herstellung von
metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots dienenden
10 Elektrodenmaterials zu einer beträchtlichen Homogenisierung
des Materials kommt, so daß ein einzelner anschließender Homo-
genisierungsschritt im Kaltwandinduktionstiegel ausreicht, um
mittels dieser beiden Schritte eine so weitgehende Homogeni-
sierung zu erreichen, wie sie beim VAR-Verfahren vergleichs-
15 weise nur mit sehr vielen Umschmelzstufen erreicht werden
können. Das erfindungsgemäße Verfahren ist damit im Vergleich
zu dem bislang verwendeten VAR-Verfahren wesentlich einfacher
und kostengünstiger.

20 Die Herstellung der Elektroden erfolgt vorzugsweise durch
Pressen und/oder Sintern der pulverförmigen oder granulat-
förmigen Legierungskomponenten (vgl. DE-A-196 31 582 bis
-584).

25 Bezüglich des Standes der Technik zum Aufschmelzen und Ab-
gießen von Materialien im Kaltwandinduktionstiegel sei auf die
beiden US-Patentschriften 5 892 790 und 6 144 690 verwiesen.
Beide Patente befassen sich allerdings nicht mit der Ingot-
Herstellung.

30

Der Blockabzug ist gleichfalls aus dem Stand der Technik
bekannt, allerdings aus dem keramischen Tiegel und nicht aus
dem Kaltwandinduktionstiegel. Die mit diesem Stand der Technik
befaßten Patente betreffen überwiegend den Blockabzug von
35 Buntmetallen (Cu, Messing).

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens be-
steht darin, daß durch die frei wählbaren Dimensionen des

Kaltwandinduktionstiegels alle möglichen Dimensionen der Legierungs-Ingots frei gewählt werden können.

Das Verfahren wird vorzugsweise im Vakuum oder unter Schutzgas ausgeführt, und nicht verunreinigte Produktionsabfälle können in das Verfahren zurückgeführt werden. Der Materialverlust beträgt nunmehr bei einer erfindungsgemäßen technischen Ausgestaltung noch 12 % im Vergleich zu 35 % mit der herkömmlichen Methode.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist eine Realisierung von lokalen (makroskopischen) Schwankungen der Hauptlegierungselemente Aluminium und Titan von $< \pm 0,5$ at.-%; weitere metallische Legierungsbestandteile: $\pm 0,2$ at.-%; Kornfeinungselemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium): $\pm 0,05$ at.-%; über den gesamten Ingot hinweg möglich.

Zusammenfassend handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren um eine schmelzmetallurgische Technologie zur Herstellung chemisch und strukturell homogener Legierungs-Ingots, insbesondere von γ -TiAl-Blöcken als Ingot-Material für die Umformroute oder für Master-Heats für die Gußroute. Die Technologie umfaßt die Kombination aus:

- dem induktiven Abschmelzen einer Elektrode, die in Summe alle Legierungsbestandteile enthält, die aber nur unzureichend homogen verteilt sind, mittels einer Hochfrequenz-Induktionsspule,
- der Homogenisierung des flüssigen (abgeschmolzenen) Materials im Kaltwand-Induktions-Tiegel (KIT), und
- dem vorzugsweise kontinuierlichen Blockabzug aus dem KIT.

Die einzelnen Verfahrensschritte sollen nachfolgend noch einmal ausführlich beschrieben werden.

Zunächst erfolgt die Herstellung der Elektroden. Mit Hilfe eines üblichen schmelzmetallurgischen Verfahrens werden gepreßte Elektroden, die alle Legierungsbestandteile (Ti-Schwamm, Al-Granalien, Vorlegierungsgranalien) enthalten, unter Vergrößerung des Durchmessers auf beispielsweise 150 mm abgeschmolzen. Es handelt sich dabei um Stäbe, die über eine geringe chemische Homogenität und eine gewisse Porosität verfügen. Diese dienen als Elektroden für den nachfolgenden Strangabzug.

Bei dem ersten Schritt, dem induktiven Abschmelzen, wird die nach einem üblichen Verfahren erschmolzene Elektrode mit Hilfe einer HF-Spule (gemäß EIGA-Verfahren, siehe DE-A-41 02 101) in einen KIT induktiv abgeschmolzen. Das System Spule/Abtropfmaterial und die Form der Spule stehen in enger Wechselwirkung. Gemäß den Mindestanforderungen an Abschmelzraten und Blockdurchmesser beträgt der Frequenzbereich am Außenschwingkreis 70 bis 200 kHz. Beim Einsatz von hochfrequenten Induktionsfeldern ist in der Abschmelzelektrode mit dem Auftreten eines ausgeprägten Skineffektes zu rechnen. Dieser Effekt, in Kombination mit der relativ geringen Wärmeleitfähigkeit der Titanaluminide führt in der Randschicht zu lokalen Überhitzungen und in der Folge zu quantitativ nicht erfaßbaren Aluminiumabdampfungen. Da der ausgeprägte Stromfluß im Skinlayer ein Wesensmerkmal der hochfrequenten Wechselstromfelder darstellt und somit nicht vermeidbar ist, besteht die einzige Möglichkeit zur Reduzierung der Aluminiumverdampfungen in einer Verkürzung der Verweilzeit des Materials im elektromagnetischen Feld. Durch gleichmäßiges Vorheizen der Abtropfelektrode, mittels induktiver Erwärmung (Mittelfrequenz ca. 500 Hz bis 1 kHz) auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der Legierung, wird die im Feld zum Schmelzen notwendige Energie bzw. Leistung um den Betrag der bereits eingebrachten Energie reduziert. Damit verkürzt sich für ein einzelnes Volumenelement und in der Summe für die gesamte Abtropfelektrode entweder die Verweilzeit im Wechselstromfeld und daraus resultierend erhöht sich die Abschmelzleistung, oder aber es kann insgesamt mit geringeren Leistungen in der HF-Spule

gefahren werden. Aus den dargelegten Forderungen und Folgerungen ergibt sich, daß die Auslegung bzw. Leistungsdimensionierung des Außenschwingkreises und der HF-Frequenz nur im engen Wechselspiel mit der Auslegung der Elektrodenvorheizung sinnvoll ist. Die Vorschubgeschwindigkeiten für die Elektroden sollen in einem solchen Bereich regelbar sein, daß für Elektrodendurchmesser von 150 mm Abtropfgeschwindigkeiten entsprechend Massenflußraten von mindestens 50 kg/h gefahren werden können.

10

Im zweiten Schritt wird im KIT, einem Kaltwandinduktionstiegel mit beweglichem Boden, in einem größeren konstant schmelzflüssigen Volumen durch die Rührwirkung des elektromagnetischen Feldes die Homogenität weiter verbessert. Die Verweilzeit der Schmelze im Tiegel beträgt etwa 30 min bis 45 min. Das Skull-Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel (KIT) ist eine seit Jahren industriell etablierte Technik. Dabei wird durch elektromagnetische Induktion in einem wassergekühlten Kupfertiegel ein Feld erzeugt, das zur Erwärmung bzw. zum Schmelzen der Materialien genutzt wird. Gleichzeitig drücken die auftretenden Lorentzkräfte das Schmelzmaterial teilweise von den Tiegelwänden ab und etablieren eine Umlaufströmung in der Schmelze, die in der Konsequenz zu einer guten Durchmischung der Schmelzphase führt. Im Bereich des Tiegelbodens und im unteren Teil der Tiegelwand kommt es, bedingt durch die Form des elektromagnetischen Feldes zur Ausbildung einer arteigenen festen Randschale (Skull). Dieser Skull, in Kombination mit der durch die Lorentzkräfte erzeugten freien Oberfläche, verhindert den direkten Kontakt des Schmelzmaterials mit dem Tiegel, so daß für die gesamte Schmelzphase die Kontaminationsgefahr beseitigt und die Anlagensicherheit gewährleistet sind.

Die kontinuierliche Speisung des KIT's mit Schmelzgut wird durch das angeschlossene Elektrodenmagazin ermöglicht, das mehrere Elektroden gleichzeitig aufnehmen kann, die dann nacheinander abgeschmolzen werden. Der Bodenskull, der in seiner Dicke und seinem Habitus direkt von der Form des Induk-

tionsfeldes abhängt, bietet den Ansatzpunkt für eine mögliche Halbzeugherstellung. Wenn nämlich während des Prozesses der Boden abgesenkt wird, reagiert das System in der Weise, daß sich ein neuer Gleichgewichtszustand ausbildet und somit auf
 5 den alten Bodenskull eine neue Schicht aufwächst. Die kontinuierliche Absenkung des Bodens führt damit zu einem System sich ständig anpassender Gleichgewichtszustände und in Folge zu einer nahezu kontinuierlich aufwachsenden Bodenschicht. Da die Grundfläche des Bodenskulls über den Tiegelboden festge-
 10 legt ist, führt das Aufwachsen neuer Schichten in der Konsequenz zur Entstehung eines Halbzeuges (Block). Allerdings bedingt der ständige Masseaustrag aus dem KIT auch die Zufuhr neuen Schmelzmaterials.

15 Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Cu-Segmenten.

Durch den Blockabzug aus dem KIT wird ein möglichst homogener weitestgehend porenfreier Ingot hergestellt. Bei diesem Ver-
 20 fahren ist der Durchmesser des KIT in großen Bereichen frei wählbar, so daß eine variable Wahl im Ingotdurchmesser besteht. Die Abzugsgeschwindigkeiten können dabei vorzugsweise in einem Bereich von 5 bis 10 mm/min liegen.

25 Die erfindungsgemäß hergestellten Produkte können zu verschiedenen Zwecken eingesetzt werden. In erster Linie werden aus ihnen in einem ersten Umformschritt (Strangpressen) Halbzeuge gefertigt, die zur Weiterverarbeitung in der Umformroute (Schmieden, Walzen) eingesetzt werden. Zur Herstellung von
 30 Bauteilen auf γ -TiAl-Basis über die Umformroute werden Ingots hoher struktureller und chemischer Qualität benötigt. Bei den Bauteilen handelt es sich zum Beispiel um Ventile und Turbinenschaufeln, die über ein ausgezeichnetes Eigenschaftsprofil verfügen und den höchsten Anforderungsbedingungen standhalten
 35 müssen.

Des weiteren können die erfindungsgemäßen Produkte auch als Master-Heats zur Fertigung von Gußrohlingen über Feinguß oder

Schleuderguß dienen. Master-Heats werden als Ausgangsmaterial für die Feinguß- und Schleudergußroute benötigt. Die chemische und strukturelle Qualität steht hier nicht im Vordergrund, da das Material - im Gegensatz zu den Ingots - nochmals erschmolzen wird. Deshalb kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auf die Stufe (ii) verzichtet und die gepreßten Elektroden unmittelbar induktiv abgeschmolzen werden. Die Feingußroute dient zur Herstellung von Bauteilen mit anspruchsvollem Design und komplexen Anforderungsprofilen. Als Beispiel sei hier der bereits kommerzialisierte Turbolader auf Basis von γ -TiAl genannt. Beim Schleuderguß handelt es sich um ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Massenbauteilen (z.B. Ventilen) mit einfachem Design und Anforderungsprofilen. Die Herstellung von Master-Heats über das erfindungsgemäße Verfahren führt zu Produkten, die deutlich homogener sind als die entsprechenden Produkte des Standes der Technik, und können durch den Blockabzug in einer beliebigen zylindrischen Dimension hergestellt werden, während man bei dem bislang angewandten Verfahren auf die Abmessungen der vorhandenen Kokillen angewiesen war. Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, den Durchmesser und die Länge der Master-Heats frei zu wählen und damit unmittelbar jeden Kundenwunsch auf einfache Weise berücksichtigen zu können.

Das nachfolgende Beispiel dient der Erläuterung der Erfindung und soll diese in keiner Weise beschränken.

Beispiel

Der erste Schritt besteht im Umschmelzen einer gepreßten Elektrode, die sämtliche Legierungsbestandteile (Ti-Schwamm, Al-Granalien, Vorlegierungsgranalien) enthält, durch Vakuum-Lichtbogenschmelzen und Vergrößerung des Durchmessers auf 150 mm. Der noch nicht homogene Stab dient als Elektrode für den nächsten Schritt, das induktive Abschmelzen. Dabei wird die Elektrode mit Hilfe einer kegelförmigen HF-Spule induktiv in einem Kaltwandinduktionstiegel abgeschmolzen. Die Frequenz am Außenschwingkreis beträgt 80,6 kHz. Durch gleichmäßiges

Vorheizen der Abtropfelektrode durch induktive Erwärmung (Mittelfrequenz etwa 500 Hz bis 1 kHz) auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunkts der Legierung (ca. 1400°C) wird eine erhöhte Abschmelzleistung erreicht. Die Elektrode wird mit einer Geschwindigkeit von 4 Upm gedreht; die Absenkgeschwindigkeit beträgt ca. 12 mm/min.

Das Abtropfmaterial fällt in einen Kaltwandinduktionstiegel mit beweglichem Boden. Der Durchmesser des Tiegels beträgt 220 mm. Die Verweilzeit der Schmelze im Kaltwandinduktionstiegel beträgt 40 min. Die Temperatur liegt zwischen 1450 und 1750°C und die Frequenz liegt zwischen 4 bis 12 kHz.

Am Boden des Kaltwandinduktionstiegels werden Blöcke mit einem Durchmesser von 220 mm und einer Länge von 2500 mm abgezogen. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt ca. 5,5 mm/min. Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt mit wassergekühlten Kupfer-Segmenten.

Die erhaltenen Blöcke zeichnen sich durch eine ausgezeichnete Homogenität aus, wobei die lokalen Schwankungen für Aluminium und Titan $\pm 0,5$ at.-%, für andere metallische Legierungsbestandteile $\pm 0,2$ at.-% und für Kornfeinungselemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium) $\pm 0,05$ at.-% betragen.

Der große Vorteil der vorliegenden Erfindung besteht darin, daß mit nur wenigen Schritten Produkte hoher Homogenität mit einem Verhältnis von Durchmesser zu Länge von >12 kostengünstig hergestellt werden können.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von metallischen oder intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität mit beliebig einstellbarem Durchmesser, gekennzeichnet durch die folgenden Stufen:

(i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,

(ii) mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,

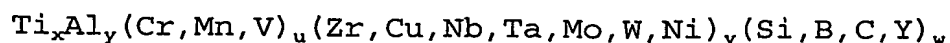
(iii) induktives Abschmelzen der in Stufe (i) oder (ii) erhaltenen Elektroden in einer Hochfrequenz-Spule,

(iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwandinduktionstiegel, und

(v) Abziehen der Schmelze unter Kühlung aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von Blöcken mit frei einstellbarem Durchmesser.

2. Verfahren nach Anspruch 1 zur Herstellung von intermetallischen Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sich die Legierungen allgemein durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:



wobei die Konzentrationen der Legierungsbestandteile innerhalb folgender Grenzen liegen (angegeben in at.-%):

$x = 100 - y - u - v - w$

$y = 44 \text{ bis } 48$

$u = 0,5 \text{ bis } 5$

$v = 0,1 \text{ bis } 10 \text{ und}$

5 $w = 0,05 \text{ bis } 1.$

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Abschmelzen der Elektroden in Stufe (iii) in einem Hochfrequenzfeld von 70 bis 200 kHz erfolgt.
- 10
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Abschmelzen der Elektroden in Stufe (iii) bei einer Temperatur von 1400 bis 1500°C erfolgt.
- 15
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden beim Abschmelzen in Stufe (iii) rotieren, vorzugsweise mit einer Geschwindigkeit von 4 UpM.
- 20
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren quasi-kontinuierlich durchgeführt wird, indem eine oder mehrere Elektroden quasi-kontinuierlich nachgeführt und gleichzeitig ein Block aus dem Kaltwandinduktionstiegel abgezogen wird.
- 25
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) bei einer Temperatur von 1400 bis 1700°C erfolgt.
- 30
9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) in einem Frequenzbereich von 4 bis 12 kHz erfolgt.
- 35

10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) mit Hilfe von wassergekühlten Kupfer-Segmenten erfolgt.

5

11. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser der in Stufe (v) abgezogenen Blöcke im Bereich von 100 bis 350 mm liegt.

- 10 12. Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis, gekennzeichnet durch

(a) ein Verhältnis von Länge zu Durchmesser von >12

(b) eine Homogenität bezogen auf lokale Schwankungen des Aluminiums und Titans $\pm 0,5$ at.-%, weitere metallische Legierungsbestandteile $\pm 0,2$ at.-%; Kornfeinungselemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium) $\pm 0,05$ at.-%.

20

Verfahren zur Herstellung von Legierungs-IngotsZusammenfassung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von metallischen oder intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität mit beliebig einstellbarem Durchmesser, gekennzeichnet durch die folgenden Stufen:

10

(i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,

15

(ii) mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,

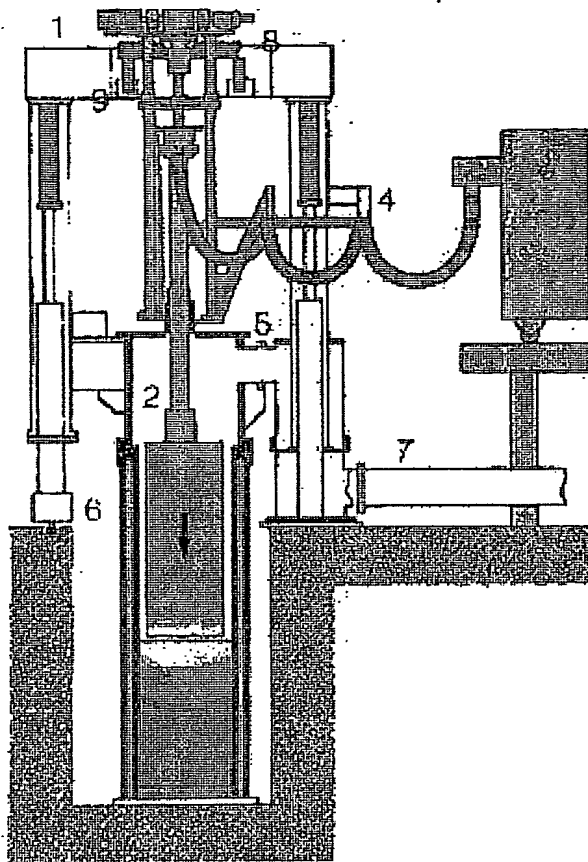
20

(iii) induktives Abschmelzen der in Stufe (i) oder (ii) erhaltenen Elektroden in einer Hochfrequenz-Spule,

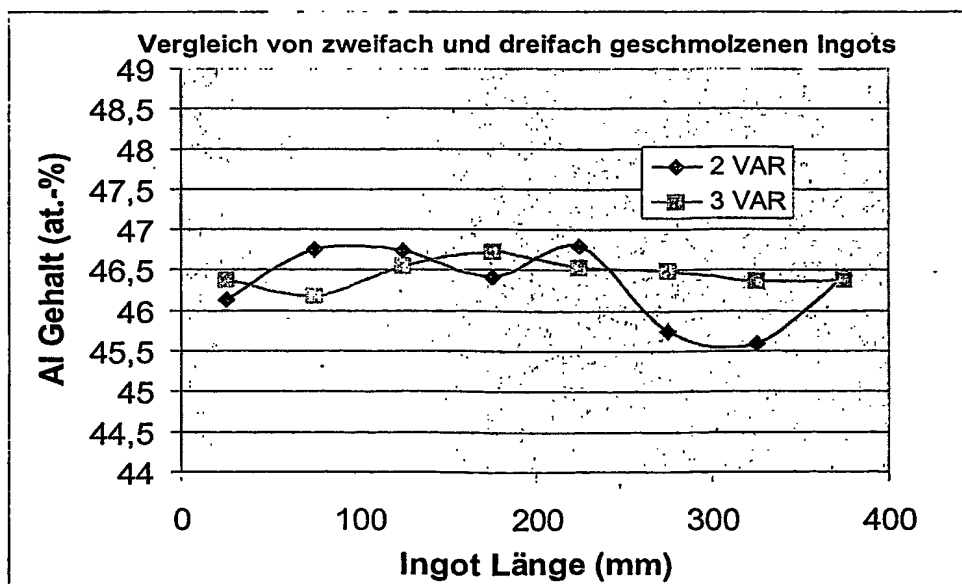
(iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwandinduktionstiegel, und

25

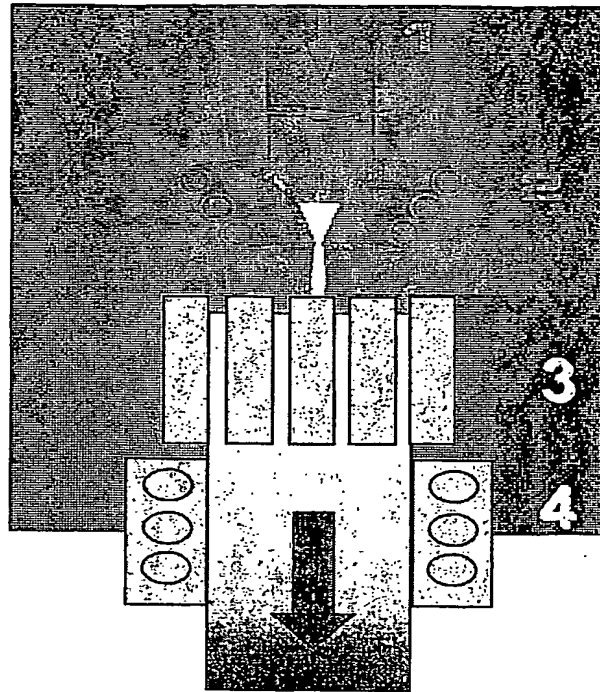
(v) Abziehen der Schmelze unter Kühlung aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von Blöcken mit frei einstellbarem Durchmesser.



Figur 1



Figur 2



Figur 3